

1. 緒言

近年、イオンクロマトグラフ (IC) は少量試料で多数のイオン種を短時間に測定する装置として広く用いられている。しかし測定精度については、あまり詳しく調査されていない。そこで、著者らは、低濃度領域のイオン種について分析精度を詳細に調査した結果、イオン種によって再現性が悪く、大きな誤差を与えることを確認し、また、この誤差要因を追求するための実験を行ったので、あわせて報告する。

2. 実験方法

イオンクロマトグラフは DIONEX 社 MODEL 10 型を用い、分析条件として、分離カラム: 3 mm × 500 mm 陰イオン分離カラム, 除去カラム: 6 mm × 250 mm カラム, 溶離液: 0.0024 M- Na_2CO_3 , 0.003 M- NaHCO_3 , 流量: 2.0 %ダイヤル設定, 試料注入量: 100 μL のように設定した。実験方法としては Cl^- , NO_3^- , SO_4^{2-} の混合した標準溶液を調製し、IC 使用レンジを 100, 10, 1 μS に限定して各レンジのフルスケールに合った濃度の標準液を装置の安定後、くり返し注入し、注入時間、温度、圧力等を同時に測定して、得られたデータの保持時間、波高、面積等に対応させた。

3. 実験結果

実験結果の 1 例として図 1 に使用レンジによる変動係数のヒストグラムを示したが、くり返しの精度はレンジが大きい方が良好で、レンジが小さくなるに従って精度が悪くなる結果が得られた。また 1 μS での Cl^- の測定においては図 2 に示すように日間変動が著しく定まった値は得られない。一方 100 μS 領域での測定における誤差要因としては、温度 (液温)、圧力、経過時間などが波高、面積に影響を与える。これらを因子として重回帰分析を行なった一例を表 1 の NO_3^- について示したが波高に対しては液温で補正する項が大きく寄与し、従って IC を使用する測定においては温度管理を厳密にしなければならないことがわかった。しかしながら一般的に今回選んだ因子で説明するには特に低レンジ側では不十分であり、他の要因を考慮して更に検討する必要がある。

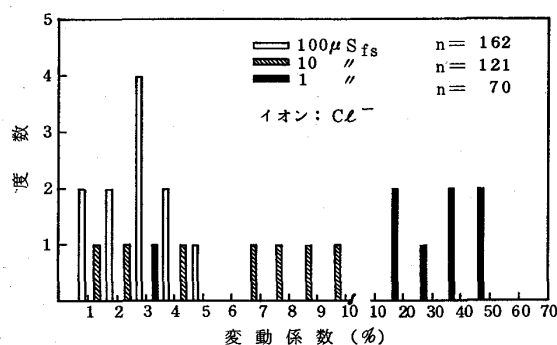


図1 使用レンジによる変動係数のヒストグラム

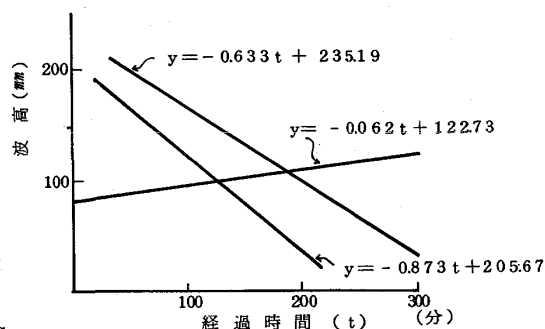


図2 経過時間に対する波高変化

1 $\mu\text{S fs}$ Cl^- 0.3 ppm表 1 重回帰分析結果 (100 $\mu\text{S fs}$, NO_3^- 200 ppm)

	β			SE	SR	F	R^2	R
	X_1	X_2	X_3					
保持時間	-0.506	-0.458	0.174	60.83	100.17	86.73	0.622	0.789
波 高	0.990	-0.054	0.056	5.10	155.90	1609.96	0.968	0.984
面 積	0.655	-0.139	0.267	78.17	82.83	55.78	0.514	0.717

 X_1 : 温度 (液温) X_2 : 送液圧 X_3 : 経過時間